

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

MOL 3018 (等級 B) 鉑等 4 種元素 ICP-OES 分析 (Hot Block/鹽酸及硝酸消化)

元素中文名：表 1	元素英文名：表 1	審查日期：2022/08/08
容許濃度	參考資料：NIOSH 7303	3/15/2003 [1]
勞動部：見表 1 [2]	原子式：見表 1	
OSHA：見表 1	別 名：—	
NIOSH：見表 1	CAS No.：見表 1	
ACGIH：見表 1 [4]	RTECS No.：見表 1	
基本物性：見表 1		
元素名稱		
汞(Hg)	鐵(Os)	鉑(Pt) 碲(Te)
採樣		分析
採樣介質：混合纖維素酯濾紙 (MCE, 0.8 µm, 37 mm)		儀器：ICP-OES
流 率：1-4 L/min		分析物：如表 1 所示
採樣體積：如表 1 所示		試劑：1.25 mL 37%濃鹽酸及 2 mL 65%濃硝酸
樣本運送：例行性		最終溶液：5%鹽酸，8%硝酸，25 mL
樣本穩定性：28 天 (室溫)		波長：如表 2 所示
現場空白樣本：每批樣本數的 10%， 至少需 2 個以上		標準樣本：分析物溶於 5% HNO ₃ 溶液中
準確度[1]		檢量線範圍：如表 2 所示
範圍：5 ~50 mg/樣本		可量化最低量：如表 2 所示
偏差：未測定		偵測極限(LOD)：如表 2 所示
總變異係數(CV _T)：未測定		定量極限(LOQ)：如表 2 所示
準確度：未測定		分析變異係數(CV _a)：如表 2 所示
適用範圍[1]：本方法是以 500 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍最高可達 100 mg/m ³ 。		
干 擾：本方法(ICP-OES)最主要的干擾係來自分析時之光譜性干擾，可藉由適當的波長選擇、背景校正或光譜校正係數的方式使干擾減至最低。		
安全衛生注意事項：樣本前處理消化步驟必須在排煙櫃中進行。		
註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。		

1. 試藥

- 1.1 濃鹽酸：37% HCl，分析級。
- 1.2 濃硝酸：65% HNO₃，分析級。
- 1.3 標準溶液：1,000 µg/mL，市售單一或混合標準溶液。
- 1.4 液氬(Argon)：99.99%。
- 1.5 稀釋溶液：二次去離子水。
- 1.6 稀釋酸溶液：5% HNO₃，將 1500 mL 之二次去離子水置於 2 L 之定量瓶中，加入 100 mL 之 65% HNO₃，再用二次去離子水定量至 2 L。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：混合纖維素酯濾紙置於濾紙匣中，濾紙孔徑 0.8 µm，濾紙直徑 37 mm，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 1~5 L/min。
- 2.3 感應耦合電漿光學發射光譜儀(ICP-OES)。
- 2.4 自動進樣器。
- 2.5 氣體調節閥：ICP-OES 氬氣流量控制用。
- 2.6 石墨加熱爐(hot block)：消化溫度設定為 95°C。
- 2.7 石墨加熱爐消化管：50 mL 塑膠瓶，附塑膠錶玻璃。
- 2.8 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL 及 1 L 定量瓶。
- 2.9 0.1~1 mL 及 1~5 mL 微量吸管。
- 2.10 10 µL 到 5,000 µL 微量注射針。
- 2.11 鑷子。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結濾紙，進行流率校正，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 1-4 L/min，應採集的空氣體積如表 1。
- 3.3 每張濾紙上的總粉塵量不得超過 2 mg。
- 3.4 採樣完成後將濾紙匣兩端加栓(plug)密封。

4. 回收率測定與樣本脫附

4.1 回收率測定

- 4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」[3]之回收率。
- 4.1.2 將濾紙放入濾紙匣中，以微量吸管取適量的分析物添加於濾紙上，上蓋後以石蠟薄膜(parafilm)加以密封，靜置過夜。添加量為 5~20 µg。
- 4.1.3 經消化後進行分析。

4.2 樣本前處理[※]

- 4.2.1 打開濾紙匣，以鑷子夾將濾紙取下，將濾紙對摺成 1/4 大小放入 50 mL 的石墨加熱爐消化管中。
- 4.2.2 消化管中加入 1.25 mL 鹽酸溶液，蓋上塑膠錶玻璃。
- 4.2.3 置於石墨加熱爐(hot block)上（設定 95°C）加熱，加熱時間約 15 分鐘。
- 4.2.4 把消化管移出石墨加熱爐(hot Block)並放置於抽風櫃內冷卻約 5 分鐘。
- 4.2.5 加入 2 mL 硝酸溶液，蓋上塑膠錶玻璃。

- 4.2.6 再次置於石墨加熱爐(hot block)上（設定 95°C）加熱，加熱約 15 分鐘。
- 4.2.7 把消化管移出石墨加熱爐(hot block)並放置於抽風櫃內冷卻約 5 分鐘。
- 4.2.8 待溫度下降後，移開塑膠錶玻璃，並用二次去離子水沖刷塑膠錶玻璃，使附著於塑膠錶玻璃之殘留液流至消化管中，丟棄塑膠錶玻璃。
- 4.2.9 以二次去離子水溶液定量至 25 mL。
- ※：本方法是以石墨加熱爐為消化儀器，亦可使用其他方式消化，例如加熱板(hotplate)或微波消化，但消化條件需另訂之。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」[3]之檢量線製作與品管。
- 5.1.2 取市售 1,000 µg/mL 單一標準溶液或混合標準溶液，以稀釋酸溶液稀釋 20 倍，即 50 µg/mL 的溶液，作為儲備溶液。
- 5.1.2 加已知量的儲備溶液於盛有稀釋溶液的 50 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.01~50 µg/mL。至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。
- 5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。
- 5.1.4 以發射光譜線強度(intensity)對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

- 5.2.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之檢量線製作與品管。
- 5.2.2 每隔 10 個樣本，測試一次標準溶液，以檢查儀器的狀況是否穩定。
- 5.2.3 必要時可使用標準添加法，作基質干擾校正，或以光譜校正係數的方式使光譜干擾減至最低。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

儀器參數	操作條件
儀器	ICP-OES
觀測方向	水平(Axial)
電漿瓦數	1,250 W
使用氣體	液氫
霧化氣體流率	0.48 L/min
冷卻氣體流率	12.0 L/min
輔助氣體流率	0.5 L/min
樣本導入流率	1 mL/min
注入（內）管直徑	0.6 mm

註：以 Thermo i-CAP 7400 為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件

需另訂之。

6.2 測定標準溶液、樣本、空白樣本光譜線的強度值，並加以記錄。

註：如果樣本光譜線的強度值大於儀器測定的線性範圍，需以稀釋酸溶液稀釋之並重新測定，計算濃度時需乘以稀釋倍數。

6.3 回收率：見表 2。

註：採樣介質為 SKC 225-3-01 混合纖維素酯濾紙，MCE。

6.4 樣本進入感應耦合電漿光學發射光譜儀。

6.5 以放射光譜線強度，自檢量線求出濃度乘以樣本溶液體積即可得出分析物之質量。

7.計算

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/m³)

V：採樣氣體體積 (L)

C_s：樣本濃度 (μg/mL)

C_b：平均空白樣本濃度 (μg/mL)

V_s：樣本溶液體積 (mL)

V_b：空白樣本溶液體積 (mL)

8.方法覆驗

	測 試 1	
儀器	ICP-OES	
觀測方向	水平(Axial)	
電漿瓦數	1,250 W	
使用氣體	液氫	
霧化氣體流率	0.48 L/min	
冷卻氣體流率	12.0 L/min	
輔助氣體流率	0.5 L/min	
樣本導入流率	1 mL/min	
注入（內）管直徑	0.6 mm	
平均回收率(%)	見表 2	
分析變異係數 CV _a (%)	見表 2	

9.樣本儲存穩定性測試

配製 30 個樣本，進行 28 天樣本儲存穩定性測試，分別於室溫及冷藏(4 °C)貯存樣本 7 天、14 天、21 天及 28 天，經測試其結果所有元素不論在室溫或冷藏其相對回收率均高於 90%，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 3。

10.參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 7303, 15 March 2003.
- [2] 「勞工作業場所容許暴露標準」，勞動部，民國 103 年 7 月。
- [3] 「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版」，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國 108 年 7 月。
- [4] ACGIH TLVs[®] and BEIs[®] 2021.

表 1 基本資料及採樣體積

元素名稱 (符號)	容許濃度標準(mg/m ³)				基本物性 ^a				採樣體積(L) ^b	
	勞動部	OSHA	NIOSH	ACGIH	原子量	熔點(°C)	CAS No.	RTECS No.	最小	最大
鉑(Pt) Platinum	1	1	—	1	195.09	1,769	7440-06-4	TP2160000	60	2,000
銱(Os) Osmium	0.0016(OsO ₄)	0.002(OsO ₄)	0.002(OsO ₄)	0.0016(OsO ₄)	190.23	3,033	7440-04-2	—	156	2,880
碲(Te) Tellurium	0.1	0.1	0.1	0.1	127.60	450	13494-80-9	WY2625000	60	2,880
汞(Hg) Mercury	0.05 (皮)	0.1	0.05 (皮)	0.025 (皮)	200.59	-39	7439-97-6	OV4550000	60	2,880

※註：a：基本物性中之資料均指元素，而非化合物

b：最小採樣體積依每種元素之可量化最低量測試結果，帶入檢量線第一點濃度值而計算得之。最大採樣體積則由 NIOSH 方法中建議濾紙負荷量 2 mg 計算得之。但為符合職業衛生實際採樣現況，經計算最小採樣體積若低於 60 L[最大流率(4 L)×15 分鐘]，則以 60 L 作為最小採樣體積；若最大採樣體積大於 2,880 L[最大流率(4 L)×720 分鐘]，則以 2,880 L 作為最大採樣體積。

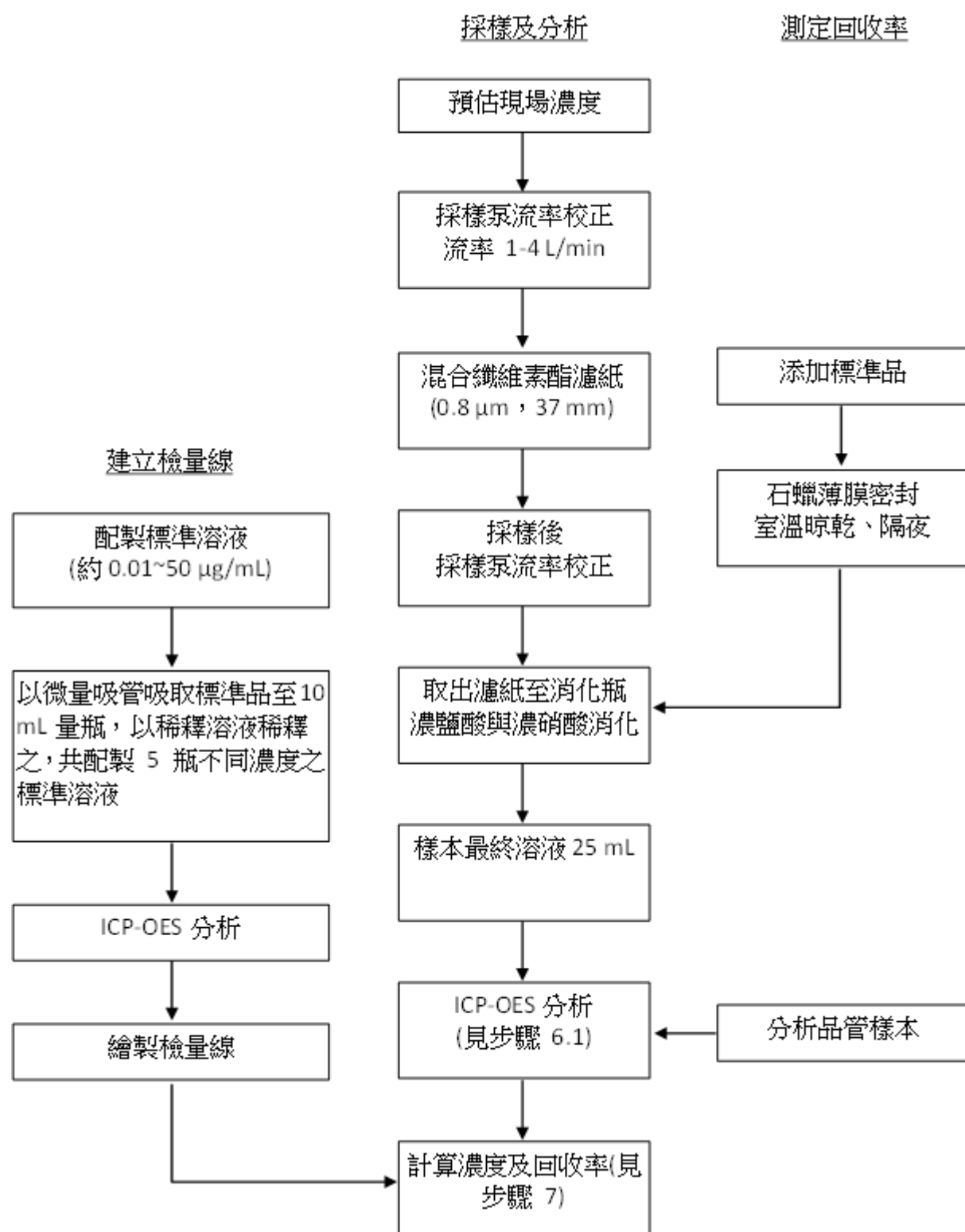
表 2 測定波長、平均回收率、可量化最低量、檢量線範圍及偵測極限

元素名稱 (符號)	測定波長 (nm)	回收率			可量化最低量			檢量線範圍		偵測極限
		添加量 (µg/樣本)	平均回收率 (%)	分析變異係數 CVa(%)	(µg/樣本)	分析變異係數 CVa(%)	相對偏差 RPD(%)	最低濃度 (µg/mL)	最高濃度 (µg/mL)	LOD/LOQ (µg/mL)
鉑(Pt)	203.6	5-20	99.4	0.78	0.5	3.24	9.32	0.01	50	0.0039/0.0129
汞(Hg)	185.0	5-20	95.3	1.82	0.5	6.71	6.38	0.01	50	0.0007/0.0023
銻(Sb)	225.6	5-20	78.1	1.55	0.5	2.14	7.86	0.01	50	0.0014/0.0048
碲(Te)	200.2	5-20	97.6	3.25	1.25	0.0	17.7	0.05	50	0.022/0.0733

表 3 儲存穩定性測試

元素名稱 (符號)	添加量 µg/樣本	分析量 µg/樣本	儲存天數									
			冷藏(4 °C) 相對回收率(%)					室溫(27 °C) 相對回收率(%)				
			第1天	第7天	第14天	第21天	第28天	第1天	第7天	第14天	第21天	第28天
鉑(Pt)	12.5	12.1	100	95.0	101.0	100.3	99.5	100	98.2	103.1	101.3	103.4
銻(Sb)	12.5	11.7	100	106.1	104.9	100.2	93.4	100	110.5	107.7	96.7	94.9
汞(Hg)	12.5	12.4	100	94.2	102.0	93.7	97.5	100	94.9	99.5	89.9	94.4
碲(Te)	12.5	11.8	100	94.9	93.0	98.1	104.4	100	96.2	95.0	98.3	105.6

附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考分析方法之主要數據

1.本分析方法是參照 NIOSH 7303 第四版分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：ICP-AES

消 化：1.25 mL 濃鹽酸及 1.25 mL 濃硝酸

最終定量：5%鹽酸及 5%硝酸，25mL

偵測波長：元素及特定規範

測試範圍：LOQ~50 mg/樣本

估計偵測極限：依元素而定

分析變異係數(CVa)：未評估

表 4 分析方法覆驗

執行單位	制訂單位	
分析儀器	ICP-OES (Thermo i-CAP 7400)	
觀測方向	水平(Axial)	
電漿瓦數	1,250 W	
使用氣體	液氫	
霧化氣體流率	0.48 L/min	
冷卻氣體流率	12.0 L/min	
輔助氣體流率	0.5 L/min	
樣本導入流率	1 mL/min	
注入(內)管直徑	0.6 mm	
檢量線範圍 (µg/mL)	0.01~50	
線性相關係數	0.999	
平均回收率 (%)	見表 2	
分析變異係數 (%)	見表 2	